

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 23.02.2023 18:03:40

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии



КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ КАТИОНОВ

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Аналитическая химия» для студентов 2 курса по направлению 020101 «Химия», 020201.65 «Фундаментальная и прикладная химия»

Курск 2014

УДК 543.21

Составители: Л. А. Горбачева, Н. А. Борщ, Л.М. Миронович

Рецензент

кандидат химических наук, доцент кафедры
фундаментальной химии и химической технологии

Г. В. Бурых

Качественный анализ катионов: методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Аналитическая химия» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л. А. Горбачева, Н. А. Борщ, Л.М. Миронович Курск, 2014. 27 с.: табл. 1. Библиогр.: с. 6

Приведены подробные сведения по системному качественному анализу катионов (химические методы обнаружения и идентификация) на основе кислотно-основной классификации катионов, а также конкретные лабораторные методики обнаружения катионов.

Предназначены для студентов 2 курса, обучающихся по направлению 020101 «Химия»; 020201.65 «Фундаментальная и прикладная химия»

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать
Усл. печ. л. Уч.-изд.л.

Формат 60x84 1/16
Тираж 30 экз. Заказ

Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Содержание

Введение	4
Теоретические основы качественного анализа катионов.....	5
Лабораторная работа № 1	9
Тема: Характерные реакции катионов I- II аналитических групп.....	9
Лабораторная работа № 2	13
Тема: Характерные реакции катионов III- IV аналитических групп	13
Лабораторная работа № 3	19
Характерные реакции катионов V группы: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+}	19
Лабораторная работа № 4	20
Характерные реакции катионов VI группы: Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Hg^{2+}	20
Литература.....	24

Введение

Методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов химического направления обучения дает им возможность ознакомиться с классическими методами исследования. Методические указания отвечают программе курса «Аналитическая химия», специальности 020101.65 «Химия», 020201.65 «Фундаментальная и прикладная химия»

Порядок выполнения лабораторных работ:

1. Работать в химической лаборатории разрешается после ознакомления с правилами техники безопасности.
2. Перед выполнением работы необходимо защитить теоретическую часть работы и получить допуск на выполнение работы.
3. Лабораторная работа записывается в тетради для лабораторных работ.
4. Оформленные экспериментальные результаты в конце лабораторной работы должны быть подписаны преподавателем.
5. Обязательным является защита лабораторной работы.

Теоретические основы качественного анализа катионов

Задача качественного анализа катионов – обнаружение в составе вещества химических элементов или ионов, которые при растворении в водных растворах образуют катионы.

В качественном анализе катионов находят применение только те реакции, которые сопровождаются каким-либо *аналитическим признаком*, по изменению, которого можно судить о том, что реакция действительно происходит. Особенно часто используют реакции, сопровождающиеся образованием осадков и изменением окраски раствора. Аналитические реакции могут выполняться «сухим» и «мокрым» способом.

В первом случае исследуемое вещество и реагенты берут в твердом состоянии и реакцию проводят при высокой температуре; во втором случае взаимодействие протекает в растворе.

К числу реакций, выполняемых сухим способом, относят, например, реакции *окрашивания пламени* солями некоторых металлов. Так, соли натрия при внесении их на нихромовой проволочке в несветящееся пламя газовой горелки окрашивают его в ярко-желтый цвет, соли калия - в фиолетовый, соли стронция - в карминово-красный, соли бария - в зеленый и т. д. По окраске можно обнаружить присутствие данных элементов в исследуемом веществе.

К реакциям, выполняемым сухим способом, можно отнести также образование *окрашенных перлов* (стекол) тетрабората натрия (буры) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ или гидрофосфата натрия и аммония $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ при сплавлении их с солями некоторых металлов. Перечисленные методы, называемые пирохимическими, широко используют при определении минералов и горных пород. Иногда применяют также метод *растирания* исследуемого твердого вещества с каким-либо твердым реагентом. В этом методе используют реакции образования окрашенных соединений определяемых элементов. Так, для обнаружения кобальта несколько кристалликов исследуемого твердого вещества, растирают на фарфоровой пластинке с примерно равным количеством твердого реагента - роданида аммония NH_4SCN . При образовании комплексной соли кобальта – тетрароданокобальтата (II) аммония $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$ смесь приобретает синюю окраску.

Для проведения реакций **мокрым** способом исследуемое вещество должно быть растворено. Растворителем обычно служит вода или кислота (если вещество в воде нерастворимо). В последнем случае происходит химическое превращение данного вещества в какую-либо растворимую в воде соль.

При анализе неорганических веществ реакции в растворах протекают между ионами анализируемых веществ и реактивами, а химизм протекающих реакций выражается ионным уравнением. Такие реакции называются **характерными для данного иона**. Характерные реакции можно проводить **пробирочным** (в пробирке), **капельным** (на фарфоровой пластинке или фильтровальной бумаге) или **микрористаллоскопическим** (форму выпавших кристаллов наблюдают с помощью микроскопа) способами.

Применяемые в качественном анализе реакции должны быть достаточно **чувствительными**. Чувствительность аналитических реакций определяет нижний предел возможности обнаружения катиона в растворе.

Наряду с чувствительностью реакций, большое значение для анализа имеет их **специфичность**.

Специфическими называют реакции, аналитический эффект которых характерен только для одного иона в присутствии других ионов.

Специфические реакции представляют большой интерес для аналитической химии, так как позволяют открывать нужный ион в присутствии других ионов из отдельных порций раствора в произвольной последовательности. Такой метод анализа называется **дробным**. Однако, специфических реакций известно немного. Поэтому обычно применяют **систематический анализ катионов**, при котором обнаружение ведется в строгой последовательности, путем выделения групп катионов с помощью групповых реагентов. После чего внутри каждой группы с помощью тех или иных реакций разделяют и открывают индивидуальные катионы.

Существует несколько разновидностей систематического хода анализа катионов: сероводородный, кислотнo-основной, аммиачно-фосфатный.

Систематический анализ используют в основном для обнаружения ионов в сложных многокомпонентных смесях. Он

очень трудоемок и в настоящее время часто применяют дробно-систематический метод. При таком подходе используется минимальное число групповых реактивов, что позволяет наметить ход анализа в общих чертах, который затем осуществляют дробным методом.

Выделение групп катионов проводят на основе аналитической классификации, связанной с их разделением на аналитические группы при последовательном действии групповыми реагентами. Наиболее часто применяют сероводородную и кислотно-основную классификации катионов.

Кислотно-основная классификация катионов по группам основана на использовании в качестве групповых реагентов водных растворов соляной (HCl), серной (H₂SO₄) кислот, гидроксидов натрия (NaOH), калия (KOH) или аммония (NH₄OH).

Согласно кислотно-основной классификации катионы подразделяются на шесть аналитических групп (табл. 1).

Таблица 1 Кислотно-основная классификация катионов

Группа	Катионы	Групповой реагент
I	Li ⁺ , Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺	Нет
II	Ag ⁺ , Hg ²⁺ , Pb ²⁺	Растворы HCl
III	Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Ba ²⁺	Растворы H ₂ SO ₄
IV	Zn ²⁺ , Al ³⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺ , As ³⁺ , As ⁵⁺ , Cr ³⁺	Раствор NaOH в избытке
V	Mg ²⁺ , Sb ³⁺ , Sb ⁵⁺ , Bi ³⁺ , Mn ²⁺ , Fe ²⁺ , Fe ³⁺	Раствор NaOH или раствор аммиака (25 %) в избытке
VI	Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Hg ²⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺	Раствор аммиака (25 %)

Для обнаружения катионов используют следующую технику выполнения реакций:

Реакции в пробирке: 1-3 капли анализируемого раствора пипеткой вносят в пробирку, не касаясь ее стенок, прибавляют строго в указанном в методике порядке и количестве необходимые реагенты. Перемешивают палочкой или осторожным встряхиванием. Если образуется пересыщенный раствор и осадок долго не выпадает, осторожно протирают палочкой стенки пробирки. При необходимости нагревают пробирку на водяной бане.

Микрокристаллоскопические реакции: 1 каплю анализируемого раствора помещают на чистое сухое предметное стекло, рядом помещают 1 каплю реагента, не касаясь пипеткой стекла. Капли соединяют палочкой с оттянутым кончиком и через 1-2 мин рассматривают под микроскопом края капли, где за счет более быстрого испарения раствора концентрация раствора увеличивается и кристаллы растут быстрее.

Капельные реакции: 1 каплю реагента из капилляра с тонким оттянутым кончиком и ровными краями наносят на полоску фильтровальной бумаги, слегка прикасаясь к ней капилляром. Образуется небольшое круглое пятно. Бумагу слегка подсушивают на воздухе. Другим капилляром в центр пятна аккуратно вносят 1 каплю анализируемого раствора. Слегка подсушив, рассматривают. Если результат сомнителен, выполняют контрольный опыт: в центр пятна реагента вместо анализируемого раствора вносят каплю воды и сравнивают с ранее полученным результатом.

Пирохимические реакции (окрашивание пламени горелки): нихромовую петлю предварительно тщательно очищают. Для этого ее смачивают раствором HCl (1:1), вносят в пламя горелки и прокалывают до исчезновения окраски. Охлаждают петлю. Затем на проволочку наносят анализируемый раствор или твердое вещество, смоченное HCl , и вносят в пламя горелки. В присутствии катионов щелочных и щелочно-земельных металлов пламя приобретет характерную окраску.

Лабораторная работа № 1

Тема: Характерные реакции катионов I- II аналитических групп

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

1. Ознакомить студентов с классическими методами обнаружения катионов.
2. Привить студентам практические навыки аналитической работы по обнаружению катионов.

Оборудование:

спиртовка, нихромовая петля, фарфоровые ступка, бумажный фильтр, лакмусовая бумага.

Реактивы:

- 1) Растворы солей содержащих катионы Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Ag^+ , Hg^{2+} ,
- 2) Набор групповых реагентов для выполнения качественных реакций катионов, разбавленные и концентрированные кислоты.
- 3) Частные реагенты: реактив Несслера, калия йодид, нитрат серебра, раствор формальдегида.

Характерные реакции катионов I аналитической группы: Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Li^+

Катион Na^+

Проба на окрашивание пламени

В пламя горелки внесите несколько кристалликов хлорида натрия и наблюдайте окраску в течение 10-15 секунд. Пламя горелки окрашивается солями натрия в желтый цвет.

Катион K^+

Проба на окрашивание пламени

В пламя горелки внесите несколько кристалликов хлорида калия и рассмотрите через синее стекло. Пламя горелки окрашивается солями калия в фиолетовый цвет. В присутствии солей натрия фиолетовая окраска пламени маскируется желтым цветом, вызываемым ионами натрия, поэтому пламя рассматривают через синее стекло, не пропускающее желтых лучей.

Катион NH_4^+

1. Действие гидроксида натрия

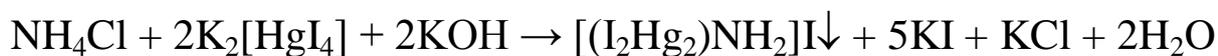
Реакция проводится в «газовой камере». В выпарную чашку поместите 2-3 капли раствора соли аммония, добавьте 2-3 капли раствора NaOH:



Чашку накройте второй чашкой, на дно которой закрепите лакмусовую бумагу, увлажненную дистиллированной водой. Выделяющийся аммиак взаимодействует с влажной индикаторной бумагой. Индикаторная бумага изменяет цвет – синее. Выделение аммиака контролируется по запаху и образованию белого дыма.

2. Действие реактива Несслера

В пробирку поместите 1 каплю раствора хлорида аммония и 5 капель воды, перемешайте и добавьте 2-3 капли реактива Несслера. Образуется желто-бурый осадок йодида дийододигидраргидрата (II) аммония:



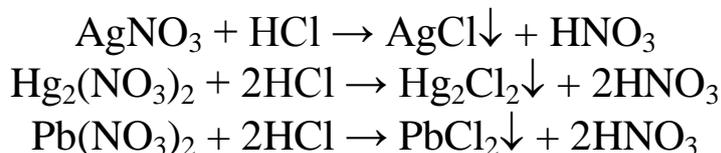
Проведению реакции мешают катионы Hg^{2+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , разрушающие реактив Несслера, а также катионы Co^{2+} , Ni^{2+} , образующие с KOH цветные осадки гидроксидов.

Групповые реакции катионов II группы: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^{2+} .

1. Действие группового реагента - раствора соляной кислоты

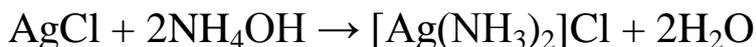
В три пробирки внесите по 2-3 капли растворов солей катионов серебра, свинца и ртути и добавьте такое же количество разбавленного раствора 2 М соляной кислоты. Выпадают белые

осадки: хлорида свинца – кристаллический осадок, хлоридов серебра и ртути (I) – аморфные. От действия света хлорид серебра постепенно разлагается и становится фиолетовым и, наконец, черным:

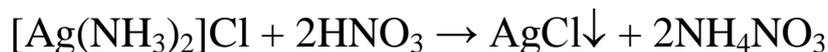


Проверьте растворимость образующихся осадков:

- а) в горячей воде: осадок хлорида свинца растворяется;
- б) в концентрированной соляной кислоте и растворимых хлоридах: происходит частичное растворение хлорида серебра вследствие образования растворимых комплексных соединений;
- в) в азотной кислоте: осадки не растворяются;
- г) в водном растворе аммиака; хлорид серебра растворяется вследствие образования катионного комплексного соединения диаммиакат серебра (I) хлорида:



Из азотнокислого раствора выпадает белый осадок хлорида серебра:

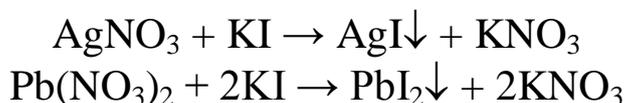


Белый осадок хлорида ртути (I) чернеет за счет выделения ртути:



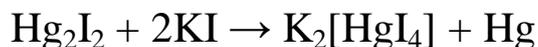
2. Действие йодида калия

Возьмите 3 пробирки, в каждую поместите 2-3 капли растворов солей серебра, свинца, ртути и добавьте 1-2 капли раствора йодида калия. Выпадают осадки йодидов серебра и свинца – желтого цвета, ртути – грязно-зеленого цвета. При избытке реактива осадки йодида свинца и ртути растворяются:





К осадку йодида свинца прибавьте несколько капель воды и 2 Н раствор уксусной кислоты, нагрейте. При охлаждении выделяются золотисто-желтые кристаллы йодида свинца в виде чешуек:



Характерные реакции катионов второй аналитической группы

Катион Ag^+

Восстановление катиона Ag^+ до металлического серебра формальдегидом:

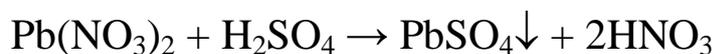
В пробирку поместите 3-4 капли раствора нитрата серебра, добавьте раствор аммиака до растворения образовавшегося вначале осадка, прибавьте 1-2 капли раствора формальдегида и нагрейте. На стенке пробирки образуется блестящее зеркало металлического серебра:



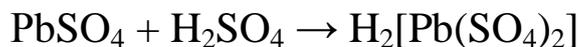
Катион Pb^{2+}

Действие серной кислоты, растворимых сульфатов

В пробирку поместите 3-4 капли соли свинца и добавьте 2-3 капли раствора серной кислоты. При рН меньше 7 образуется белый осадок сульфата свинца:



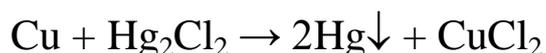
Осадок разделите на 3 пробирки. В первую пробирку добавьте щелочь и растворите осадок при нагревании, во вторую добавьте органическую кислоту (уксусную или винную), в третью - концентрированную серную кислоту:



Катионы бария, стронция, кальция, образующие с сульфат-ионами осадки, предварительно отделяют.

Катион Hg_2^{2+} *Восстановление катиона ртути (I) медью до металла*

На медную пластинку нанесите 1-2 капли раствора соли ртути (I) и каплю раствора азотной кислоты. На медной пластинке образуется серый слой амальгамы меди. Через 2-3 мин. раствор удалите, пластинку протрите кусочком фильтровальной бумаги. Пятно становится блестящим. Проведению реакции мешают ионы серебра, висмута:



Делают вывод.

Лабораторная работа № 2

Тема: Характерные реакции катионов III- IV аналитических групп

ЦЕЛЬ РАБОТЫ:

1. Ознакомить студентов с классическими методами обнаружения катионов.
2. Привить студентам практические навыки аналитической работы по обнаружению катионов.

Оборудование:

спиртовка, нихромовая петля, фарфоровые ступка, бумажный фильтр, лакмусовая бумага.

Реактивы:

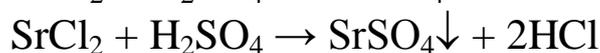
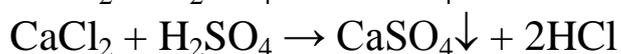
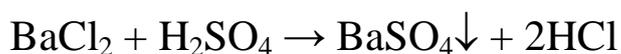
- 1) Растворы солей содержащих катионы Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+}
- 2) Набор групповых реагентов для выполнения качественных реакций катионов, разбавленные и концентрированные кислоты.
- 4) Частные реагенты: аммония оксалат, калия бихромат, сульфат кальция, гексацианоферрат калия, раствор

ализарина, раствор алюминона, бария хлорид, нитрат серебра,

Реакции катионов III группы: Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}

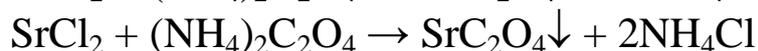
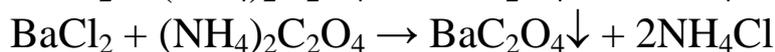
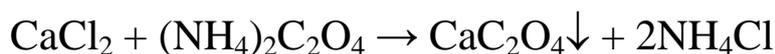
1. Действие группового реагента - серной кислоты

В 3 пробирки внесите по 2-3 капли растворов солей катионов бария, кальция и стронция, затем добавьте в каждую по 2-3 капли раствора разбавленной серной кислоты (2 моль/л) и 1-2 капли этилового спирта. Образуются белые кристаллические осадки сульфатов бария, стронция, кальция:



2. Действие оксалата аммония

В 3 пробирки внесите в каждую отдельно по 3-4 капли растворов солей катионов третьей аналитической группы и медленно добавьте столько же капель раствора оксалата аммония. Выпадают белые кристаллические осадки. Растворите осадки в концентрированных кислотах.



Осадки растворимы в азотной, соляной и уксусной (кроме осадка оксалата кальция) кислотах.

Характерные реакции катионов третьей аналитической группы

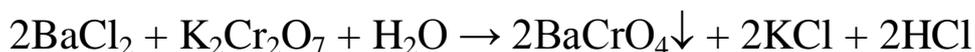
Катион Ba^{2+}

1. Проба на окрашивание пламени

В пламя горелки внесите несколько кристалликов хлорида бария или $Ba(NO_3)_2$ на нихромовой петле. Бесцветное пламя горелки окрашивается в желто-зеленый цвет.

2. Действие дихромата калия

В пробирку поместите 3-4 капли раствора хлорида бария и добавьте 3-4 капли раствора дихромата калия. Реакцию выполняют в слабокислой среде (рН 5-6). Для полноты осаждения BaCrO_4 реакцию проводят в присутствии ацетата натрия. Выпадает желтый кристаллический осадок хромата бария:



Растворите осадок в кислотах. Осадок растворим в соляной и азотной кислотах, но нерастворим в уксусной.

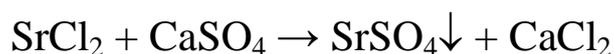
Катион Sr^{2+}

1. Проба на окрашивание пламени

В пламя горелки внесите несколько кристалликов SrCl_2 на нихромовой петле. Бесцветное пламя горелки окрашивается в карминово-красный цвет. Если пламя приобретает желтый цвет, его рассматривают через синее стекло.

2. Действие гипсовой воды

К 4-5 каплям раствора SrCl_2 в пробирке добавьте столько же капель насыщенного раствора гипсовой воды. Наблюдается медленное помутнение раствора. Нагревание ускоряет образование мути:



Катион Ca^{2+}

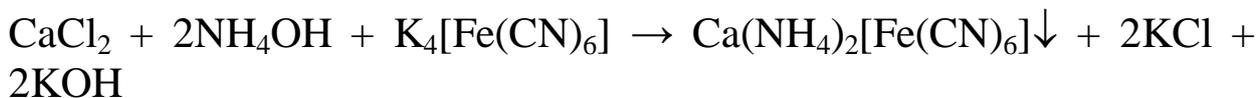
1. Проба на окрашивание пламени

В пламя горелки внесите несколько кристалликов CaCl_2 (или др. соли Ca^{2+} , смоченной концентрированной HCl) на нихромовой петле. Бесцветное пламя горелки окрашивается в кирпично-красный цвет. Если пламя приобретает желтую окраску, его рассмотрите через синее стекло.

2. Действие гексацианоферрата (II) калия

В пробирку добавьте 3-4 капли раствора CaCl_2 , прибавьте 2-3 капли раствора аммиака и 3-5 капель раствора NH_4Cl . Смесь

нагрейте до кипения, а затем прибавьте 8-10 капель насыщенного раствора $K_4[Fe(CN)_6]$. Выпадает белый кристаллический осадок гексацианоферрата (II) кальция-аммония:

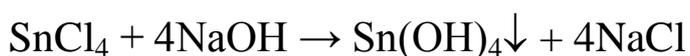
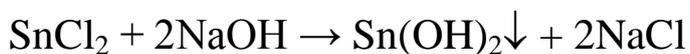
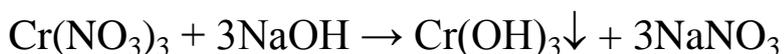
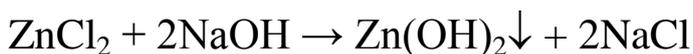
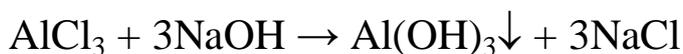


Реакции катионов IV группы: Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+}

1. Действие группового реагента - гидроксида натрия

В отдельные пробирки добавьте по 3-4 капли растворов солей катионов IV аналитической группы, к ним медленно прибавьте 1-2 капли раствора 2 М гидроксида натрия. Образуются осадки гидроксидов алюминия, цинка, олова (II) и олова (IV) – белые; осадок хрома (III) - серо-зеленый. К осадку добавьте избыток гидроксида натрия.

При действии группового реагента катионы четвертой аналитической группы растворяются в избытке щелочи с образованием гидроксокомплексов:



Характерные реакции катионов четвертой аналитической группы

Катион Al^{3+} *1 Действие ализарина*

На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1-2 капли раствора соли алюминия, бумагу подержите 1-2 минуты над склянкой с концентрированным раствором аммиака. Пары аммиака, соприкасаясь с влажным пятном, образуют на бумаге гидроксид алюминия.

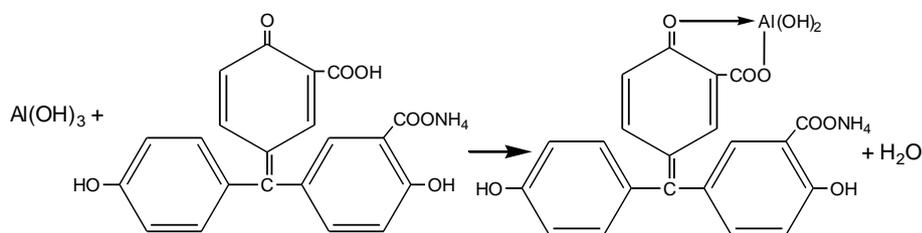
Затем на пятно нанесите каплю раствора ализарина и снова подержите бумагу в парах аммиака. Пятно окрашивается в фиолетовый цвет (цвет фона ализарина). Бумагу подсушите, нанесите на нее 1-2 капли раствора уксусной кислоты и снова подсушите.

Пятно становится розово-красным вследствие образования ализарината алюминия («алюминиевый лак»).

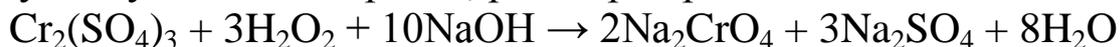
Мешающие ионы железа (III), хрома (III) и др. осаждают гексацианоферратом (II) калия (им пропитывают фильтровальную бумагу).

2 Действие алюминона

В пробирку с 3-4 каплям раствора соли алюминия прибавьте 2-3 капли раствора уксусной кислоты и 3-5 капли алюминона. Смесь нагрейте на кипящей водяной бане, перемешайте, прибавьте 2 Н раствор аммиака до щелочной реакции (проба лакмусовой или универсальной бумагой) и 2-3 капли раствора $(NH_4)_2CO_3$. Образуется лак красного цвета. Мешающее действие железа (III) устраняют щелочью, кальция – карбонатом аммония, хрома (III) – аммиаком.

**Катион Cr^{3+}** *1 Действие окислителей*

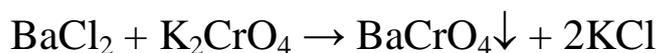
В пробирку с 3-4 каплями раствора соли хрома (III) прибавьте 3-5 капель 2N раствора NaOH и 2-3 капли 3%-ного раствора H₂O₂. Полученную смесь нагрейте, раствор окрашивается в желтый цвет.



Анионы CrO₄²⁻ и Cr₂O₇²⁻

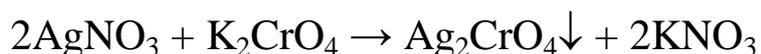
1 Действие хлорида бария

В пробирку с 2-3 каплями раствора бария хлорида прибавьте столько же раствора K₂CrO₄. Образуется осадок, нерастворимый в уксусной, но растворимый в соляной кислоте.



2 Действие нитрата серебра

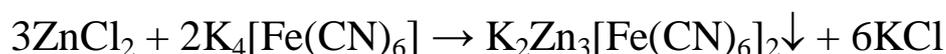
В пробирку с 2-3 каплями раствора серебра нитрата прибавьте столько же раствора калия бихромата. Образуется красно-бурый, малоустойчивый осадок Ag₂Cr₂O₇.



Катион Zn²⁺

1 Действие гексацианоферрата(II) калия

В пробирку поместите 3-4 капли раствора соли цинка и прибавьте столько же капель раствора K₄[Fe(CN)₆], несколько капель кислоты и нагрейте. Выпадает белый осадок гексацианоферрата (II) калия-цинка.

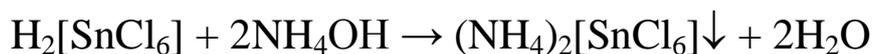


Осадок нерастворим в разбавленной соляной кислоте, но растворим в щелочах.

Катион Sn⁴⁺

2 Реакция с аммиаком - микрокристаллоскопическая реакция

Поместите каплю солянокислого раствора соли олова (IV) на предметное стекло, прибавьте каплю 1N раствора аммиака и 1 каплю 2 N раствора соляной кислоты. Через 2-3 минуты по краям капли появляется небольшая каемка, а затем образуются крупные бесцветные кристаллы- (NH₄)₂[SnCl₆] октаэдрической формы.



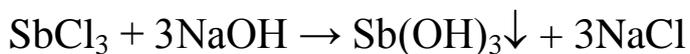
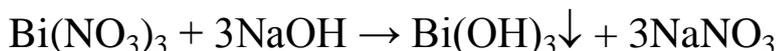
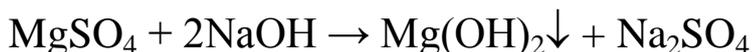
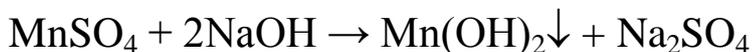
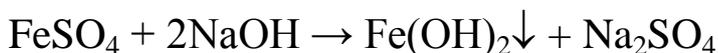
Делают вывод.

Лабораторная работа № 3

Характерные реакции катионов V группы: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+}

Действие группового реагента – гидроксида натрия

В отдельные пробирки внесите по 2-3 капли растворов солей катионов пятой аналитической группы, добавьте по 8-10 капель 2Н раствора гидроксида натрия. Образуются осадки гидроксидов катионов пятой аналитической группы: железа (II) – белый, постепенно переходящий в зеленый и бурый; железа (III) – бурый; марганца – белый, постепенно переходящий в бурый; магния (II), висмута (III), сурьмы (III, V) - белые.



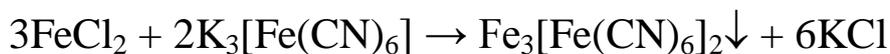
Растворите осадки в растворах кислот и щелочей. Осадки растворяются в кислотах и не растворяются в щелочах.

Характерные реакции катионов пятой аналитической группы

Катион Fe^{2+}

Действие гексацианоферрата (III) калия

В пробирку внесите 3-4 капли раствора соли железа (II), добавьте 1-2 капли 2 Н НСl и 1-2 капли раствора $K_3[Fe(CN)_6]$. Выпадает осадок синего цвета («турнбулева»). Растворите осадок в кислотах и щелочах.

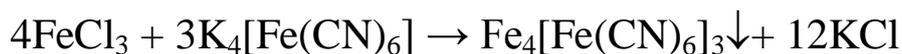


Осадок не растворим в кислотах, но разлагается щелочами.

Катион Fe^{3+}

1. Действие гексацианоферрата (II) калия

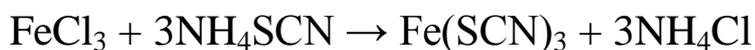
В пробирку внесите 2-3 капли раствора соли железа (III), прибавьте 1-2 капли раствора НСl и 2 капли раствора $K_4[Fe(CN)_6]$, перемешайте. Раствор окрашивается в синий цвет и выпадает темно-синий осадок «берлинской лазури» – комплексное соединение гексацианоферрата (II) и железа (III).



Растворите осадок в кислотах и щелочах и избытке реактива. Осадок растворим в сильноокислой среде и в большом избытке реактива. В щелочной среде в присутствии окислителей осадок «берлинской лазури» разлагается.

2 Действие тиоцианата аммония

В пробирку внесите 3-4 капли раствора соли железа (III) и прибавьте 2-3 капли раствора тиоцианата аммония или калия. Образуется тиоцианат железа (III) – раствор кроваво-красного цвета. Интенсивность окраски усиливается при добавлении избытка реактива.

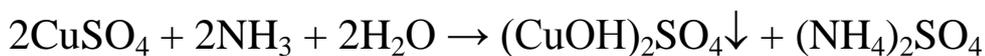


Лабораторная работа № 4

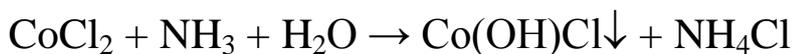
Характерные реакции катионов VI группы: Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Hg^{2+}

Действие группового реагента - водного раствора аммиака

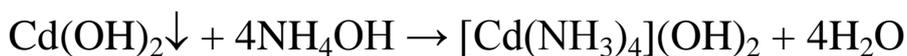
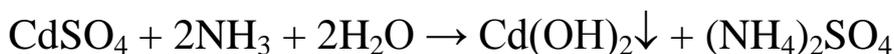
В отдельные пробирки внесите по 2-3 капли растворов солей катионов шестой аналитической группы и добавьте в каждую по каплям 25 % раствор аммиака до выпадения осадков:
основной соли меди – голубовато-зеленого цвета:



основной соли кобальта – синего цвета.



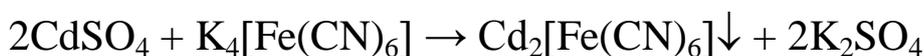
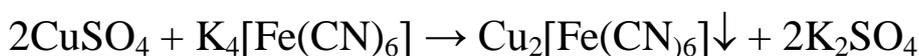
гидроксида кадмия и хлорида меркураммония – белого цвета

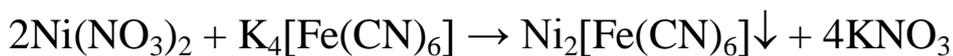
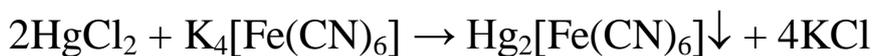


К осадкам добавьте избыток группового реагента. Образуются растворимые комплексные аммиакаты: меди – синего, кадмия и ртути – бесцветные, никеля – сине-красного, кобальта – желтого цвета.

2 Действие гексацианоферрата (II) калия

В отдельные пробирки внесите по 2-3 капли растворов солей катионов шестой аналитической группы, добавьте в каждую по 3-4 капли раствора гексацианоферрата (II) калия. Образуются осадки ферроцианидов: меди – красно-бурый, кадмия – белый, кобальта – зеленый, ртути (II) – желтый, никеля – желто-зеленый:



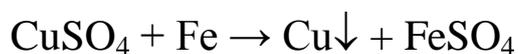


Характерные реакции катионов шестой аналитической группы

Катион Cu^{2+}

1 Восстановление катиона меди(II) до металлической меди

В пробирку добавьте раствор соли меди (II) и несколько капель соляной кислоты, погрузите кусочек металлического алюминия (цинка, железа). Постепенно поверхность металла покрывается красным слоем металлической меди:



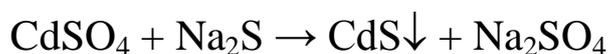
2 Проба на окрашивание пламени

Нихромовую петлю опустите в концентрированную соляную кислоту, дальше захватите смоченной проволоочкой несколько кристалликов соли меди и внесите в пламя горелки. Бесцветное пламя горелки окрашивается в зеленый цвет.

Катион Cd^{2+}

Действие сульфида натрия или сероводорода

В пробирку внесите 2-3 капли раствора сульфата кадмия, прибавьте 2-3 капли раствора сульфида натрия Na_2S . Выпадает желто-коричневый осадок сульфида кадмия CdS . Растворите осадок в разбавленных и концентрированных кислотах:



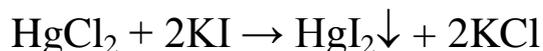
Осадок нерастворим в разбавленных кислотах, но растворим в концентрированной соляной кислоте:



Катион Hg^{2+}

1 Действие йодида калия

В пробирку внесите 2-3 капли раствора соли ртути (II) и добавьте 1-2 капли раствора йодида калия. Образуется оранжево-красный осадок йодида ртути:



К осадку добавьте избыток реактива. При добавлении избытка реактива, осадок йодида ртути растворяется с образованием бесцветного комплексного тетраиодомеркурат (II)-иона:



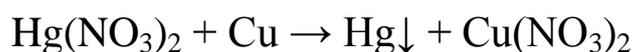
2 Действие гидроксидов щелочных металлов

В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли ртути (II) и добавляют 1-2 капли раствора NaOH. Выпадает осадок оксида ртути (II) – желтого цвета:



3 Действие восстановителей (металлической меди)

Для проведения реакции на медную пластину наносят каплю раствора соли ртути (II). На поверхности пластины возникает черное пятно ртути, которое при потирании фильтровальной бумагой становится серебристым вследствие образования амальгамы ртути. Проведению реакции мешают ионы серебра, висмута, ртути (I), сурьмы (III).



Литература

1. Основы аналитической химии [Текст]: учебник: в 2 кн. Кн. 2: Общие вопросы. Методы разделения / Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова; под ред. Ю. А. Золотова. - 3-е изд., перераб. и доп. - М.: Высшая школа, 2004. - 361 с.2.
2. Основы аналитической химии. Практическое руководство. П/ред. Ю.А.Золотова. М.: Высш. школа, 2001.
3. Методы обнаружения и разделения элементов. Практическое руководство. Под ред. И.П.Алимарина. М.: МГУ, 1984.
4. Белявская Т.А. Практическое руководство по гравиметрии и титриметрии. М.:МГУ, 1986.